

**METHOD FOR PRODUCING TI-CONTAINING STEEL IN WHICH TIN INCLUSIONS ARE REFINE**

Patent number: JP2001214212  
Publication date: 2001-08-07  
Inventor: YARIMIZU SEIICHI  
Applicant: DAIDO STEEL CO LTD  
Classification:  
- international: C21C7/00; C22B9/18; C22B9/187  
- european:  
Application number: JP20000020938 20000128  
Priority number(s):

**Abstract of JP2001214212**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for producing Ti-containing steel in which the length of Ti reducing its fatigue life is controlled to  $10\ \mu\text{m}$  or less.

**SOLUTION:** In this method for producing Ti-containing steel in which TiN inclusions are refined, using Ti-co produced by melting the raw material for Ti-containing steel free from a return material is melted in a vacuum furnace and is cast as an electrode, remelting is performed by a vacuum arc melting method.

# T i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法

特開2001-214212

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2001-214212

(P2001-214212A)

(43)公開日 平成13年8月7日(2001.8.7)

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード*(参考)
C 2 1 C 7/00		C 2 1 C 7/00	B 4 K 0 0 1
C 2 2 B 9/18		C 2 2 B 9/18	F 4 K 0 1 3
9/187			A

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21)出願番号	特願2000-20938(P2000-20938)	(71)出願人	000003713 大同特殊鋼株式会社 愛知県名古屋市中区錦一丁目11番18号
(22)出願日	平成12年1月28日(2000.1.28)	(72)発明者	鎗水 誠一 群馬県渋川市石原309-6 B504
		(74)代理人	100104123 弁理士 荒崎 勝美
		Fターム(参考)	4K001 AA27 BA23 EA02 FA01 FA02 FA10 FA11 GA17 GB11 4K013 AA00 BA14 CE00 CED9 DA12 FA00

(54)【発明の名称】 T i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法

(57)【要約】

【課題】 本発明は、疲労寿命を低下するT i N系介在物の長さが10 μ m以下の含T i 鋼の製造方法を提供すること。

【解決手段】 リターン材を含まない含T i 鋼用原材料を真空誘導炉で溶解し、鑄造して製造した含T i 鋼材を電極とし、真空アーク溶解法で再溶解することを特徴とするT i N系介在物を微細にした含T i 鋼の製造方法。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 T i N系介在物を含まない含T i 鋼用原材料を真空誘導炉で溶解し、鑄造して製造した含T i 鋼材を電極として真空アーク溶解法で再溶解することを特徴とするT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法。

【請求項2】 T i N系介在物を含まない含T i 鋼用原材料を真空誘導炉で溶解し、鑄造して製造した含T i 鋼材を電極として真空エレクトロスラグ溶解法で再溶解し、更にこの真空エレクトロスラグ溶解法で溶解した再溶解材を電極として真空アーク溶解法で再溶解することを特徴とするT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法。

【請求項3】 上記真空アーク溶解法による再溶解は、湯上がり速度が0.4cm/分以下であることを特徴とする請求項1又は請求項2記載のT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

### 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、含有するT i N系介在物を微細にするマルエージング鋼などの含T i 鋼の製造方法に関する。

### 【0002】

【従来の技術】含T i 鋼の一種であるマルエージング鋼は、硬度、強度が高く、熱間及び冷間における疲労特性が高いため各種金型、固体燃料ロケット、超高速遠心分離機、トルク伝達軸、強力歯車などの用途に用いられている。一般的に、このマルエージング鋼は、真空誘導溶解炉で溶解して製造した真空誘導溶解材を真空アーク再溶解法で溶解し、鑄造する二重溶解法などで製造されていた。

【0003】この二重溶解法は、先ず真空誘導炉によって■合金成分の調整し、■C、N、H、Oなどの不純物の低減が行われ、第2段の真空アーク再溶解によって更にC、N、H、Oなどの低減を行い、かつ積層凝固により偏析を少なくするものである。この二重溶解法で製造されたマルエージング鋼は、硬度、強度が高く、清浄性が優れ、また疲労特性が高いため上記の多くの用途に使用されているが、10<sup>7</sup>回以上の超高疲労特性の改善が要求されるアイテムは、10μm程度のT i N系介在物を起点として疲労破壊するため、更なる疲労特性の改善が要求され、真空アーク再溶解などにおいてT i N系介在物の低減および微細化が必要となった。

### 【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、含有するT i N系介在物の最大長さを10μm以下にする含T i 鋼の製造方法を提供することを課題とするものである。

### 【0005】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するため、本発明者は、含T i 鋼中のT i N系介在物の微細化

方法について、成分組成、製造プロセスなどについて種々研究していたところ、T i N系介在物は10μmより大きくなると疲労寿命が短くなること、真空アーク再溶解では、原料に含まれているT i N系介在物を除去することができないこと、T i N系介在物を小さくする方法は、T i N系介在物の量を少なくすればよいこと、真空エレクトロスラグ溶解法で再溶解するとT i N系介在物を低減することができることなどの知見を得た。

【0006】また、含T i 鋼用原材料のT i N系介在物量を少なくすると、製造された含T i 鋼中のT i N系介在物を低減することができること、含T i 鋼用原材料のT i N系介在物量を少なくするには、原材料を厳選してリターン材を含まないことが望ましいこと、溶解中にT i N系介在物の凝集を防止すれば、T i N系介在物を小さくすることができること、真空アーク再溶解法で溶解する場合、溶解速度が速いとT i N系介在物が大きくなることなどの知見を得て本発明をなしたものである。

【0007】すなわち、上記課題を解決するため、本発明のT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法においては、T i N系介在物を含まない含T i 鋼用原材料（リターン材を含まないほうが望ましい。）を真空誘導炉で溶解し、鑄造して製造した含T i 鋼材を電極として真空アーク溶解法で再溶解することである。

【0008】さらに、上記課題を解決するため、本発明のT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法においては、T i N系介在物を含まない含T i 鋼用原材料（リターン材を含まないほうが望ましい。）を真空誘導炉で溶解し、鑄造して製造した含T i 鋼材を電極として真空エレクトロスラグ溶解法で再溶解し、更にこの真空エレクトロスラグ溶解法で溶解した再溶解材を電極として真空アーク溶解法で再溶解することである。

【0009】また、上記課題を解決するため、本発明のT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法においては、真空アーク再溶解法での溶解を湯上がり速度で0.4cm/分以下の速度にすることである。

### 【0010】

【作用】本発明のT i N系介在物を微細にする含T i 鋼の製造方法においては、T i N系介在物を含まない含T i 鋼用原材料を真空誘導炉で溶解するので、T i N系介在物が少ない含T i 鋼材を製造することができ、この含T i 鋼材を電極として真空アーク溶解法で再溶解すると、T i N系介在物が少なく、かつ小さい含T i 鋼を製造することができる。さらに、真空誘導炉で溶解し、鑄造して製造したT i N系介在物が少ない含T i 鋼材を電極として真空エレクトロスラグ溶解法で再溶解するので、大気中のN<sub>2</sub>に汚染されることなくT i N系介在物がスラグに捕捉され、T i N系介在物がさらに少く、かつ小さい含T i 鋼を製造することができる。

【0011】また、真空エレクトロスラグ溶解法で再溶解して製造した電極などを真空アーク溶解法で再溶解す

ることにより、C、N、H、Oなどの不純物の低減、T i N系介在物の微細化及び偏析の低減をすることができる。また、真空エレクトロスラグ溶解法で再溶解して製造した電極を真空アーク溶解法で再溶解する際、溶解速度を極力低くする（望ましくは、湯上がり速度を0.4 cm/分以下にする）ことにより、プールが小さく、かつ浅くなるため、プール中でのT i N系介在物の凝集時間が短くなるので、T i N系介在物を微細にすることができる。

## 【0012】

【発明の実施の形態】次に、本発明をより詳細に説明する。本発明の含有するT i N系介在物を微細にする含T i 鋼とは、マルエージング鋼（C：0.010%以下、Si：0.05%以下、Mn：0.05%以下、P：0.06%以下、S：0.006%以下、Ni：16～26%、Ti：0.1～2.0%を含有し、必要に応じてCo：5～16%、Mo：2～10%及びAl：0.03～0.4%のうちの1種又は2種以上を含有し、残部Fe及び不可避免的不純物からなる鋼）、JIS SUH660（C：0.08%以下、Si：1.00%以下、Mn：2.00%以下、P：0.040%以下、S：0.030%以下、Ni：24～27%、Cr：13.50～16.00%、Mo：1.00～1.50%、V：0.10～0.50%、Ti：1.90～2.35%、Al：0.35%以下、B：0.001～0.010%を含有し、残部Fe及び不可避免的不純物からなる鋼）、PHステンレス鋼などである。

【0013】本発明の真空誘導炉で溶解する含T i 鋼用原材料は、T i N系介在物を含まないもの、すなわち、全ての原料が、バージン材からなるものが望ましい。含T i 鋼用原材料中にリターン材が含まれると製造される含T i 鋼中のT i N系介在物が多くなり、その結果としてT i N系介在物が大きくなるからである。

【0014】本発明に使用する真空誘導炉は、真空状態で溶解できる誘導炉であれば、普通の構造のものでもよいし、特別の構造のものでもよい。さらに、本発明に使用する真空エレクトロスラグ溶解法は、真空状態で溶解するエレクトロスラグ溶解法であり、熔融スラグでT i N系介在物を捕捉できるものであれば、特に限定されないが、熔融スラグの材料としては、例えばCaF<sub>2</sub>：70%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>：30%からなるものでもよい。溶解速度については、特に制限はないが、均一な速度で溶解されるほうが好ましい。

【0015】また、本発明に使用する真空アーク再溶解法は、C、N、H、Oなどの不純物の低減、T i N系介在物の微細化及び偏析の低減を目的とし、真空エレクトロスラグ溶解法で溶解した再溶解材を電極として真空中で水冷銅鑄型内においてアークにより再溶解する方法である。この真空アーク再溶解法では水冷銅鑄型の径が大きく、かつ溶解速度が速いと、熔融金属のプールが大きくなってT i N系介在物が凝集して大きくなり、また偏析も大きくなるので、水冷銅鑄型の径が、例えば30 cm以下、湯上がり速度が0.4 cm/分より遅いほうが好ましい。

【0016】次に、本発明の実施例を説明する。

## 【実施例】実施例1

純チタン、純ニッケル、フェロモリブデン、純コバルト、純アルミ、電解鉄を下記表1の本発明例 No. 1 及び2の成分組成の鋼になるような含T i 鋼用原材料を真空誘導溶解炉（V I F）で下記表2の本発明例 No. 1 及び2に記載したような溶解時間で溶解し、鑄造してインゴットを製造した。このインゴットを電極とし、真空アーク溶解法（V A R）で下記表2に記載したような真空度、溶解速度で溶解、鑄造してインゴットを製造した。このインゴットを鍛造後熱間圧延して厚さ3.5 mmホットコイルを製造した。このコイルを切断して断面のT i N系介在物の大きさを測定した結果を下記表3の本発明例 No. 1 及び2に示した。

## 【0017】実施例2

純チタン、純ニッケル、フェロモリブデン、純コバルト、純アルミ、電解鉄を下記表1の本発明例 No. 3～5の成分組成の鋼になるような含T i 鋼用原材料を真空誘導溶解炉（V I F）で下記表2の本発明例 No. 4～6に記載したような溶解時間で溶解し、鑄造してインゴットを製造した。このインゴットを電極とし、真空エレクトロスラグ溶解法（真空E S R）で下記表2に記載したような真空度、溶解速度で溶解、鑄造して電極を製造し、この電極を真空アーク溶解法（V A R）で下記表2に記載したような真空度、溶解速度で溶解、鑄造してインゴットを製造した。このインゴットを鍛造後熱間圧延して厚さ3.5 mmホットコイルを製造した。このコイルを切断して断面のT i N系介在物の大きさを測定した結果を下記表3の本発明例 No. 4～6に示した。

## 【0018】

## 【表1】

	No.	C	Si	Mn	S	Ni	Mo	Co	Ti	Al	N
本発明例	1	0.003	0.03	0.03	0.001	18.55	4.73	8.85	0.44	0.11	0.0009
	2	0.002	0.03	0.03	0.001	18.58	4.75	8.85	0.45	0.11	0.0010
	3	0.002	0.03	0.01	0.001	18.66	4.76	8.88	0.46	0.15	0.0010
	4	0.002	0.03	0.01	0.001	18.73	4.75	8.82	0.45	0.11	0.0009
	5	0.001	0.04	0.01	0.001	18.66	4.72	8.90	0.45	0.12	0.0012
比較例	1	0.002	0.03	0.01	0.001	18.69	4.77	8.80	0.45	0.10	0.0008
	2	0.007	0.04	0.01	0.001	18.43	4.74	8.74	0.45	0.12	0.0007
	3	0.004	0.06	0.03	0.001	18.33	4.73	8.80	0.43	0.10	0.0007
	4	0.008	0.10	0.04	0.001	18.36	4.90	8.80	0.50	0.12	0.0020

【0019】

【表2】

表 2

	No.	V I F 溶解条件		真空E S R 条件		V A R 条件			
		原料リターン率	溶解時間	真空度 Torr	溶解速度	鋳型径	真空度 Torr	溶解速度	湯上がり速度
本発明例	1	0 %	175分	—	—	φ 340	0.004	1 4 1 kg/Hr	0.32 cm/min
	2	0 %	175分	—	—	φ 340	0.004	2 0 2 kg/Hr	0.46 cm/min
	3	0 %	170分	150	256kg/Hr	φ 460	0.004	2 1 5 kg/Hr	0.27 cm/min
	4	0 %	170分	150	255kg/Hr	φ 340	0.004	2 2 5 kg/Hr	0.52 cm/min
	5	0 %	170分	150	257kg/Hr	φ 340	0.004	2 9 0 kg/Hr	0.67 cm/min
比較例	1	0 %	165分	—	—	φ 340	0.004	2 2 0 kg/Hr	0.50 cm/min
	2	8 2 %	185分	—	—	φ 340	0.002	2 0 5 kg/Hr	0.47 cm/min
	3	8 8 %	180分	—	—	φ 340	0.003	2 0 6 kg/Hr	0.47 cm/min
	4	6 5 %	180分	—	—	φ 460	0.004	2 9 0 kg/Hr	0.38 cm/min

V A R 条件の湯上がり速度は、鋳型内での溶融金属面の上昇速度である。

#### 【0020】比較例1

実施例1と同様な含T i 鋼用原材料を真空誘導溶解炉 (V I F) で下記表2の比較例 No. 1に記載したような溶解時間で溶解し、鋳造してインゴットを製造した。このインゴットを電極とし、真空アーク炉で下記表2の比較例 No. 1に記載したような真空度、溶解速度 (2 2 0 k g / H r) で溶解、鋳造してインゴットを製造した。このインゴットを鍛造後熱間圧延して厚さ3. 5mmホットコイルを製造した。このコイルを切断して断面のT i N系介在物の最大長さを測定した結果を下記表3の比較例 No. 1に示した。

#### 【0021】比較例2

N i、M o、F eを含有するリターン材：8 2 %、8 8 %及び6 5 % (比較例の No. 3)、純チタン、純ニッケル、フェロモリブデン、純コバルト、純アルミを1 8 %

(比較例の No. 2)、1 2 % (比較例の No. 3)、3 5 % (比較例の No. 4) からなる下記表1の比較例の No. 2～4の成分組成の鋼になるような含T i 鋼用原材料を真空誘導溶解炉 (V I F) で上記表2の比較例の No. 2～4に記載したような溶解時間で溶解し、鋳造してインゴットを製造した。このインゴットを電極とし、真空アーク溶解法 (V A R) で上記表2に記載したような真空度、溶解速度で溶解、鋳造してインゴットを製造した。このインゴットを用いて実施例1と同様な方法で同様な厚さ3. 5mmのホットコイルを製造した。このコイルを切断して断面のT i N系介在物の最大長さを測定した結果を上記表2の比較例 No. 2～4に示した。

#### 【0022】

【表3】

	No.	溶解方法	TiN系介在物の最大長さ
本 発 明 例	1	VIF→VAR	6.8 μm
	2	VIF→VAR	9.7 μm
	3	VIF→VSR→VAR	7.5 μm
	4	"	8.6 μm
	5	"	9.8 μm
比 較 例	1	VIF→VAR	12.5 μm
	2	"	15.0 μm
	3	"	12.5 μm
	4	"	15.0 μm

【0023】これら結果より、本発明例のもののTi系介在物の最大長さは、6.8～9.8 μmであり、何れも10 μm以下であった。これに対して、比較例のもののTi系介在物の最大長さは、12.5～15.0 μmであり、何れも10 μmを超えていた。また、VARにおける鋳造の湯上がり速度が0.4 cm/分より遅いもののほうが、0.4 cm/分より早いもののよりTiN

系介在物の最大長さが短くなっていた。

【0024】

15 【効果】本発明のTiN系介在物を微細にした含Ti鋼の製造方法は、上記構成にしたことによって、含Ti鋼中のTiN系介在物の最大長さを10 μm以下にすることができるといふ優れた効果を奏することができる。

【手続補正書】

【提出日】平成12年1月31日（2000. 1. 31）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正内容】

25 【0020】

【表3】

	No.	溶解方法	TiN系介在物の最大長さ
本 発 明 例	1	VIF→VAR	6.8 μm
	2	VIF→VAR	9.7 μm
	3	VIF→真空ESR→VAR	7.5 μm
	4	"	8.6 μm
	5	"	9.8 μm
比 較 例	1	VIF→VAR	12.5 μm
	2	"	15.0 μm
	3	"	12.5 μm
	4	"	15.0 μm

【手続補正書】

【提出日】平成12年2月1日（2000. 2. 1）

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の名称

【補正方法】変更

【補正内容】

45 【発明の名称】 TiN系介在物を微細にする含Ti鋼の製造方法